

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-069632

(43)Date of publication of application : 14.03.1995

(51)Int.CI.

C01G 19/00

C09K 3/00

(21)Application number : 05-260248

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 18.10.1993

(72)Inventor : NISHIHARA AKIRA  
HAYASHI TOSHIHARU  
SEKIGUCHI MASAHIRO

(30)Priority

Priority number : 05162198 Priority date : 30.06.1993 Priority country : JP

## (54) IR RAY CUT-OFF POWDER

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To obtain an IR-ray cut-off powder with which a film having excellent transparency for visible light is formed by specifying the color tone, lattice constant, and the min. cut-off wavelength of tin-doped indium oxide powder.

**CONSTITUTION:** This powder is a tin-doped indium oxide powder having the color tone satisfying  $x=0.220$  to  $0.295$  and  $y=0.235$  to  $0.325$  in a xy-chromaticity diagram,  $10,110$  to  $10,160$  &angst; lattice constant, and  $\leq 1000$  nm optimum cut-off wavelength in and near the IR region. If the powder has  $\leq 0.2\mu\text{m}$  average primary particle diameter and is prepared as a coating material, an IR cut off film having excellent transparency for visible light can be obtd. by using this coating material. Thereby, the average particle diameter of the powder is preferably  $\leq 0.2\mu\text{m}$ , and more preferably  $\leq 0.1\mu\text{m}$ . However, when the powder is used for such purpose which does not require transparency so much (for example, an IR-reflecting film for roof material or wall material), the particle diameter of the tin-doped indium oxide powder may be larger than the value above specified.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 30.09.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number] 3250125

[Date of registration] 16.11.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平7-69632

(43)公開日 平成7年(1995)3月14日

(51)Int.Cl.  
C01G 19/00  
C09K 3/00

識別記号  
A  
105

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数2 OL (全7頁)

(21)出願番号 特願平5-260248  
(22)出願日 平成5年(1993)10月18日  
(31)優先権主張番号 特願平5-162198  
(32)優先日 平5(1993)6月30日  
(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000006264  
三菱マテリアル株式会社  
東京都千代田区大手町1丁目5番1号  
(72)発明者 西原 明  
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱  
マテリアル株式会社中央研究所内  
(72)発明者 林 年治  
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱  
マテリアル株式会社中央研究所内  
(72)発明者 関口 昌宏  
埼玉県大宮市北袋町1丁目297番地 三菱  
マテリアル株式会社中央研究所内  
(74)代理人 弁理士 広瀬 章一

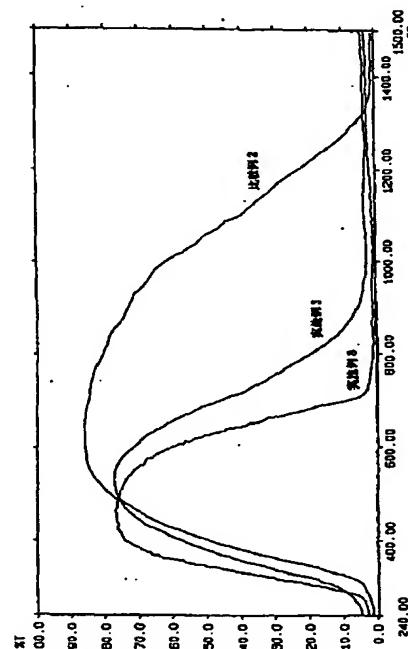
(54)【発明の名称】 赤外線カットオフ粉末

(57)【要約】

【目的】 1000 nm 以下、好ましくは 700~900 nmの範囲内のある波長以上の赤外線を全面的に90%以上カットオフする機能を有する、赤外線カットオフ効果に優れたITO粉末

【構成】 ITO粉末の色調を x y 色度図上で x 値 0.2 20~0.295 に対して y 値 0.235~0.325、結晶の格子定数を 10.110~10.160 Å に制御する。かかる ITO粉末は、加圧不活性ガス雰囲気中での加熱処理により得られる。

【効果】 この粉末を分散させた塗料からガラス上に透明膜が形成でき、太陽光の赤外線カットオフにより冷房効率や保温効率が改善される。



1

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】  $x$   $y$  色度図上で  $x$  値 0.220~0.295、 $y$  値 0.235~0.325 の色調を有し、格子定数が 10.110~10.160 Å であり、赤外領域またはその近傍の最低カットオフ波長が 1000 nm 以下であることを特徴とする、赤外線カットオフ機能を有する錫ドープ酸化インジウム粉末。

【請求項2】 平均一次粒子径が 0.2  $\mu$ m 以下の請求項1記載の粉末。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 この発明は、従来のものより低波長側から赤外線をカットオフすることができる粉末に関する。より具体的には、1000 nm 以下、特に 700~900 nm の範囲内のある波長から長波長側の赤外線を 90% 以上カットオフする錫ドープ酸化インジウム粉末に関する。

【0002】 本発明の粉末は、特に平均一次粒子径が 0.2  $\mu$ m 以下であると、塗料中に分散させて透明膜を形成することができ、得られた透明膜に優れた赤外線カットオフ効果を付与することができる。

【0003】 この赤外線カットオフ効果を示す透明膜は、近年多発しているカードや金券等の偽造に対する防止手段として、あるいは冷暖房効率の改善に効果の高い赤外線反射膜として利用することができる。特にハウジングの一般窓、サンルームの屋根材、壁材、あるいは自動車のガラス等に適用した場合、夏期の太陽光の赤外線カットオフ効果により大幅な冷房用電力節減効果を発揮し、また冬期は室内の保温効果の高い透明膜として利用できる。

## 【0004】

【従来の技術】 可視領域の光に対して透明（透過性）であって、赤外領域の光に対しては反射性である赤外線カットオフ機能を有する透明膜として従来より知られているのは、(a) ITO (錫ドープ酸化インジウム) の薄膜を物理蒸着、化学蒸着、またはスパッタリングによってガラス基板上に形成したもの、(b) フタロシアニン系、アントラキノン系、ナフトキノン系、シアニン系、ナフタロシアニン系、高分子縮合アゾ系、ビロール系等の有機色素型の近赤外吸収剤か、またはジチオール系、メルカブトナフトール系などの有機金属錯塩を、有機溶媒と有機バインダーとを用いてインク化して基板に塗工するか、或いは樹脂に練り込んでフィルム化し、基板上にラミネートしたものなどである。

【0005】 しかし、(a) については、高真空や精度の高い雰囲気制御が必要な装置を使用しなければならないため、コスト高になるばかりか、膜の大きさ、形状にも限りがある。しかも、量産性が悪く、汎用性に乏しい等の問題もある。

【0006】 (b) については、(a) の問題点は解決されるものの、可視領域の光の透過率が低く、暗褐色から暗

2

青色の濃厚な着色を有している上、多くは 690~1000 nm 程度の限られた近赤外領域の赤外線吸収であるため、例えばハウジングの一般窓、サンルームの屋根材、壁材等へ利用した場合には、窓やガラスを通して室内外の視認性が悪く、色調から受ける美観性にも劣る上、室内の冷暖房効果も不十分である等の問題点がある。

## 【0007】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、従来より低波長側から赤外線をカットオフすることができ、可視光に対しては優れた透明性を示す膜を形成することができる、赤外線カットオフ機能を有する無機粉末を提供することである。

【0008】 本発明のより具体的な目的は、1000 nm 以下の赤外領域内またはその近傍のある波長から長波長側の赤外線を全面的に 90% 以上カットオフする錫ドープ酸化インジウム粉末を提供することである。

## 【0009】

【課題を解決するための手段】 本発明者等は、錫ドープ酸化インジウム (ITO) が可視光に対して透明であり、かつ赤外線反射性を示すことに着目し、塗料化により優れた赤外線カットオフ効果を持つ透明膜を形成できる ITO 粉末を得るべく検討を重ねた。

【0010】 ITO 粉末は、一般に In と少量の Sn の水溶塩を含む水溶液をアルカリと反応させて In と Sn の水酸化物を共沈させ、この共沈物を原料として、これを大気中で加熱焼成して酸化物に変換させることにより製造される。こうして従来法により製造された ITO 粉末のスペクトル特性を調べたところ、例えば、図 1 に比較例 2 として示すように、可視領域での透過性に優れ、透明性は良好であるが、赤外線カットオフ効果は、1000 nm 超、たいてい 1200 nm 以上の波長領域の赤外線しかカットオフせず、1200 nm 以下、特に 1000 nm 以下の領域の赤外線のカットオフ効果が欠如ないし不足していることが判明した。

【0011】 ITO 粉末に 1000 nm 以下の赤外線カットオフ機能を持たせるようにさらに検討した結果、ITO 粉末の原料を加圧不活性ガス中で焼成するか、或いは大気中での焼成により得られた ITO 粉末を加圧不活性ガス中で熱処理すると、1000 nm 以下、好ましくは 700~900 nm の範囲内のある波長から長波長側の赤外線を 90% 以上カットオフする ITO 粉末が得られることを見出した。このような ITO 粉末の特性を調べたところ、粉末の色調は  $x$   $y$  色度図上で  $x$  値 0.220~0.295、 $y$  値 0.235~0.325 の範囲内であり、かつ結晶の格子定数が 10.110~10.160 Å の範囲内にあることがわかった。

【0012】 本発明は上記知見に基づいて完成したものであり、その要旨とするところは、 $x$   $y$  色度図上で  $x$  値 0.220~0.295、 $y$  値 0.235~0.325 の色調を有し、格子定数が 10.110~10.160 Å であり、赤外領域またはその近傍の最低カットオフ波長が 1000 nm 以下であることを

特徴とする、赤外線カットオフ機能を有するITO粉末である。

【0013】格子定数とは結晶を特徴づける原子配列の繰り返し最小単位の大きさと形を規定する結晶学的定数であり、ここではその1辺の長さ(Å)を意味する。また、最低カットオフ波長とは、赤外領域またはその近傍(600 nm以上)において光のカットオフ率が少なくとも90%となる最低の波長を意味する。これは、光透過スペクトルにおいて、長波長側方向に光透過率が10%以下となる波長領域における最低波長に相当する。好ましくは、本発明のITO粉末は、最低カットオフ波長が700～900 nmの範囲内にあるが、それよりいくらか長波長側(900～1000 nm)または低波長側(600～700 nm)にあってもよい。

【0014】このITO粉末の平均一次粒子径が0.2 μm以下であると、この粉末を塗料化して膜を形成した時に、可視光の透明性に優れた赤外線カットオフ膜が得られる。従って、本発明のITO粉末の平均粒子径は0.2 μm以下、特に0.1 μm以下であることが好ましい。ただし、透明性をさほど要求されない用途に用いる場合(例、屋根材や壁材の赤外線反射膜)には、ITO粉末の粒子径はこれより大きくてもよい。本発明のITO粉末のSnの組成比は、Sn/(Sn+In)のモル比で0.01～0.15、特に0.04～0.12の範囲内が好ましい。

【0015】また、本発明のITO粉末の赤外線カットオフ効果は、上記範囲内のx y値と格子定数の値の中で、x値、y値が共に小さいほど良く、特にy値の値が大きくなると効果が急激に低下する。x y色度の範囲が上記条件を満足していても、格子定数の値が上記条件から外れると、従来のITO粉末と同程度のせいぜい1000 nmより長波長の赤外線カットオフ効果しか得られない。

【0016】なお、ITO粉末のx y値は主に酸素欠陥の発生やキャリア電子濃度に依存し、格子定数は主にドープ剤の含有量、酸素欠陥などによる結晶の歪みに依存するので、製造条件を変化させることによりこれらの値をある程度調整できる。

【0017】本発明のITO粉末は、例えば、次に述べるように、加圧不活性ガス雰囲気中の焼成または熱処理を特徴とする方法により製造することができる。もちろん、ITO粉末の製造方法は下記の方法に限定されるものではなく、上記範囲内のx y色度値と格子定数を有する限り、任意の方法で製造されたITO粉末を本発明において使用することができる。

【0018】ITO粉末の原料は、従来法と同様に調製すればよい。例えば、Sn/(Sn+In)のモル比が好ましくは0.01～0.15、特に0.02～0.12となる割合でInとSnの水溶性化合物(例、塩化物、硝酸塩など)を水に溶解させた水溶液を、アルカリ水溶液(例、アルカリ金属またはアンモニウムの水酸化物、炭酸塩、炭酸水素塩などの水溶

液)と反応させて、各水溶性化合物を加水分解し、In-Sn共沈水酸化物を析出させる。この時点で可及的に微細な沈殿が析出するように、一方の水溶液を他方の水溶液に攪拌下に滴下しながら反応を進めることが好ましい。

【0019】こうして得た含水状態のIn-Sn共沈混合水酸化物をそのまま、或いはこれを加熱乾燥して水分を除去した無水の混合水酸化物、または脱水をさらに進めて、少なくとも部分的に酸化物とした混合(水)酸化物を原料として用いる。この時の加熱温度は、乾燥だけであれば200 °C以下、特に150 °C以下でよいが、酸化物に変換するのであれば、より高温(例、200～900 °C)で加熱することができる。得られた原料を、酸素を遮断した加圧不活性ガス雰囲気中で、完全に酸化物になるまで焼成すると、本発明のITO粉末が得られる。或いは、原料を従来と同様に、例えば大気中で焼成してITO粉末を得た後、この粉末を加圧不活性ガス雰囲気中で熱処理することによっても、本発明の上記x y色度値と格子定数を有するITO粉末を得ることができる。

【0020】この焼成または熱処理(以下、これらを加熱処理と総称する)時の不活性ガス雰囲気は、アルゴン、ヘリウムなどの希ガス、窒素ガス、およびこれらの混合ガスのいずれでもよい。不活性ガス雰囲気の圧力条件は、室温下における全圧で2 kgf/cm<sup>2</sup>以上、特に5～60 kgf/cm<sup>2</sup>の範囲内が好ましい。

【0021】圧力が2 kgf/cm<sup>2</sup>未満では、赤外線カットオフ効果は従来のITO粉末と同程度であり、その改善はほとんど得られないが、加熱処理温度が800 °Cを超えるような高温の場合には、不活性ガス雰囲気の圧力が常圧であっても、本発明の範囲内のx y色度、格子定数および赤外線カットオフ機能を有するITO粉末が得られることがある。圧力を60 kgf/cm<sup>2</sup>を超えて高くしても、それ以上の効果の改善がわずかであるので、実用上はこれ以上の加圧は必要ない。不活性ガス雰囲気中の酸素分圧は0.2 kgf/cm<sup>2</sup>(150 Torr)以下、特に0.02 kgf/cm<sup>2</sup>(15 Torr)以下に制限することが好ましい。

【0022】加熱処理温度は、一般に350～1000 °Cの範囲内、好ましくは400～800 °Cの範囲内が効果的である。処理温度が350 °C以下であると、微粒子化の効果は高いが、赤外線カットオフ効果の改善はほとんど得られない。一方、1000 °C以上では粒子径が著しく成長してしまうため、塗膜の透明性が要求される分野に使用する場合には好ましくない。また、加熱処理時間については、原料またはITO粉末に均一な加熱処理が達成されればよく、その仕込み量や温度によっても異なるが、一般には1～4時間の範囲内である。昇温、降温速度は特に制限されない。

【0023】上記範囲内のx y色度値と格子定数を有する本発明のITO粉末は、前述したように、各種の透明皮膜形成成分と共に塗料化することにより、ガラスなどの基板上に赤外線反射性の透明膜を形成するのに用いる

ことができる。また、樹脂に練り込んでフィルム化することにより、赤外線反射性透明フィルムを得ることもできる。得られた透明膜またはフィルムは、従来より低波長側から赤外線をカットオフすることができるので、赤外線カットオフ効果が高く、従って冷暖房効率改善等の実用上効果も高い。

【0024】本発明の赤外線カットオフ効果を有するITO粉末は、例えば、窓ガラス、サンルーフ、光ファイバー、プリベイドカード、サンバイザー、PET(ポリエチレンテレフタレート)ボトル、包装用フィルム、メガネなどの製品に適用して、製品に赤外線反射効果を付与することができる。

【0025】窓ガラスに対しては、本発明のITO粉末を皮膜形成成分と共に塗料化し、この塗料を適当な塗布手段(例、塗装、スプレー、浸漬など)でガラスに塗布し、ITO粉末を含有する透明膜をガラス上に形成することができる。或いは、適当な軟質透明樹脂フィルム(例、PETフィルム)中にITO粉末を練り込みにより混入させて得たITO含有樹脂フィルムを窓ガラスに張りつけるという手法で適用することもできる。こうして窓ガラスの表面に設けたITO粉末を含有する透明膜またはフィルムにより、太陽光線の赤外線を広い波長範囲で反射することができ、室内的冷暖房効率が著しく改善される。

【0026】プリベイドカードに対しては、本発明のITO粉末を含有する透明塗料をプリベイドカードの所定部分に塗布しておく。このプリベイドカードに赤外線を照射し、反射光の有無を検査することにより偽造か否かを判別することができる。

【0027】残りのサンルーフ、光ファイバー、サンバイザー、PETボトル、包装用フィルム、メガネについても、上記の窓ガラスと同様に、ITO粉末を塗料化して製品表面に赤外線反射効果を有するITO含有透明膜を形成することができる。これらの製品の素材がプラスチックスである場合には、塗布手段ではなく、素材のプラスチックス中にITO粉末を練り込みにより直接混入することにより、製品に赤外線反射効果を付与することもできる。さらに、サンルーフのようにフィルムの張り付けが可能な場合には、窓ガラスについて述べたように、ITO粉末を練り込んだ透明フィルムを製品に張りつけることによっても、製品に赤外線反射性を付与できる。

【0028】本発明のITO粉末を練り込むことができるプラスチックスの種類は特に制限されず、汎用樹脂から、高強度樹脂(エンジニアリングプラスチックス)、耐候性樹脂、耐熱性樹脂等の機能性樹脂までを含む各種の樹脂が使用可能である。従って、樹脂種は製品の種類に応じて適当に選択すればよい。例えば、サンルーフやサンバイザーにはアクリル樹脂およびメタクリル樹脂といった透明性が特に高い樹脂が、光ファイバーにはメタ

クリル樹脂が、またメガネレンズとしてはメタクリル樹脂、ポリカーボネート、ポリスチレン、ジェチレングリコールビスアリルカーボネート、ポリ-4-メチルベンゼン-1などが使用される。

【0029】上述した用途以外に、赤外線反射が求められる他の用途にも本発明のITO粉末を適用することができる。例えば、貯蔵庫のガラスもしくはプラスチック製透明壁面にITO粉末を含有する透明膜またはフィルムを形成するか、或いは壁面材料中にITO粉末を練り込んでおくと、庫外表面の結露や庫内の温度上昇を防止できる。また、貯蔵庫の壁面が不透明であっても、ITO粉末含有膜またはフィルムを形成しておくと、外部から赤外線を遮断して庫内の温度上昇とそれによる貯蔵物品の変質を防止できる。

【0030】ビニールハウスや温室に適用した場合には、ハウス内の保温効果により植物の成長が促進されるという効果が得られる。この場合には、ITO粉末は、塗布、練り込み、或いはガラスの場合にはITO粉末含有フィルムの張り付けといった手段で適用することができる。

【0031】本発明のITO粉末を塗料化して、衣服、布団などの繊維製品に塗布またはスプレーにより適用して、繊維表面にITO粉末を含有する膜を形成することもできる。合成繊維の場合には、繊維自体の中にITO粉末を練り込んでよい。それにより、人体から輻射される遠赤外線が繊維から反射するようになるので、保温性が高まる。

【0032】焙焼室、電子レンジ、トースター、オーブンなどの覗き窓に対しても、ガラス窓と同様の手法でITO粉末を適用することができる。但し、皮膜形成またはフィルム形成に用いる樹脂としては、耐熱性樹脂(例、ポリイミド、ポリアミノビスマレイミド、ポリスルホン、ポリエーテルスルホン、ポリアミドイミド、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン等)を使用することが好ましい。

【0033】ガラスヒータを用いた電気暖房機においては、ガラスヒータの周囲にガラス窓と同様にITO粉末を含有する皮膜またはフィルムを形成することにより、電気抵抗体から放射される熱が効率よく反射して、暖房効果が高まる。この場合も、皮膜形成成分としては耐熱性樹脂の使用が好ましい。

【0034】さらには、ファウンデーションやサンスクリーンといった化粧品に本発明のITO粉末を混入することもできる。それにより近赤外線の反射効果が高まる。近赤外線、特に2.5~3μmの波長域は水の吸収領域であるため、その反射効果が高まると、水分蒸発に伴う深いしわの発生の防止に効果がある。

【0035】本発明のITO粉末は、従来品に比べて、以上の機能をより効果的に発揮することができる。

【0036】

【実施例】次に、本発明を実施例に基づいて説明するが、本発明は実施例のみに限定されるものでない。なお、実施例中、%は特に指定しない限り重量%である。

【0037】 $\text{InCl}_3$  水溶液 1.8 L (In金属 600 g 含有) と 60% $\text{SnCl}_4$  水溶液 22.92 g (Sn金属 6.27 g 含有)との混合水溶液を、 $\text{NH}_4\text{HCO}_3$  3000 g / 12 L の水溶液中に、70°C の加温下で攪拌しながら滴下し、最終 pH 8.5 にして In-Sn共沈水酸化物を析出させた。次に、静置して沈殿を沈降させた後、上澄み液を除去し、イオン交換水を加えて静置・沈降と上澄み液除去の操作を 6 回 (水の添加量は 1 回につき 10 L) 繰り返すことにより、沈殿を十分に水洗した後、吸引濾過により沈殿を濾別して、含水水酸化物の沈殿を得た。こうして得た、全金属中の Sn 含有量が 1 モル% の共沈含水水酸化物を、含水原料 (A) とする。

\* る。

【0038】同様の方法により、60% $\text{SnCl}_4$  水溶液の使用量を、(B) 58.1 g、(C) 119.2 g、(D) 183.9 g、(E) 252 g、(F) 323 g、および (G) 453.5 g に増やして、Sn 含有量がモル% でそれぞれ 2.5%、5%、7.5%、10%、12.5%、および 15% の含水原料 (B) ~ (G) を得た。

【0039】これらの原料 (A) ~ (G) を、場合により、次の表 1 に示すように大気中での加熱により乾燥ないし脱水して出発原料を調製した後、この調製原料を大気中または窒素ガス雰囲気中において表 2 に示す条件で 3 時間加熱処理して、ITO 粉末を得た。

【0040】

【表 1】

| 含水原料 | Sn モル% | 分類  | 調製原料の状態           |
|------|--------|-----|-------------------|
| (A)  | 1      | A-1 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |
| (B)  | 2.5    | B-1 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |
| (C)  | 5      | C-1 | 含水水酸化物 (未乾燥)      |
|      |        | C-2 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |
|      |        | C-3 | 300°C × 6 hr 脱水晶  |
|      |        | C-4 | 700°C × 6 hr 脱水晶  |
| (D)  | 7.5    | D-1 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |
| (E)  | 10     | E-1 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |
| (F)  | 12.5   | F-1 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |
| (G)  | 15     | G-1 | 110°C × 15 hr 乾燥品 |

【0041】なお、含水原料および調製原料の大気中での加熱および常圧窒素ガス中での加熱は、内径 85 mm、長さ 1000 mm の透明石英管を使用した管状炉を用いて、原料 250 g を長さ 250 mm の半割石英ポートに入れて加熱することにより行った。

【0042】加圧窒素雰囲気下での加熱は、内径 70 mm、長さ 700 mm のインコロイ 800 製チューブを使用した密閉加圧管状炉によって、原料 150 g を長さ 250 mm の半割石英ポートに入れて加熱することにより行った。

【0043】得られた ITO 粉末の平均一次粒子径を、比表面積 (BET) の測定値から、次の粒子径式：

$$a (\mu\text{m}) = 6 / (\rho \times B)$$

[a : 平均粒子径、 $\rho$  : 真比重、B : 比表面積( $\text{m}^2/\text{g}$ )]に基づいて算出した。このようにして比表面積から求めた粒子径は透過式電子顕微鏡から直接観察した粒子径とほぼ一致することが確認されている。BET 法による比表面積は、マイクロトラック社製のベータソーブ自動表面積計 4200 型を用いて測定した。

【0044】また、ITO 粉末の光透過スペクトルおよび x-y 色度は、積分球付き自記分光光度計 U-4000 型 (日立製作所社製) で測定し、格子定数はモノクロメーター付き自動 X 線回折装置 MDX (マックサイエンス社製) を使用して、高純度シリコン単結晶 (99.9999%) で補正し、(k, h, l) 面指数に対するピークから面間隔を自動検索して、最小自乗法によりコンピュータ計算で求めた。

【0045】これらの特性データを表 2 に併せて示した。また、代表的な実施例および比較例の ITO 粉末の光透過スペクトルを図 1 に示した。

【0046】

【表 2】

| No. | 分類  | 熱処理の条件                        |             |               | 特 性   |        |             | カットオフ率 (%) | 最低カットオフ波長 (nm) |
|-----|-----|-------------------------------|-------------|---------------|-------|--------|-------------|------------|----------------|
|     |     | 圧 力<br>(kgf/cm <sup>2</sup> ) | 温 度<br>(°C) | X Y色度<br>(μm) | X 値   | Y 値    | 格子定数<br>(Å) |            |                |
| 1   | A-1 | N <sub>2</sub>                | 40          | 750           | 0.088 | 0.2751 | 0.3195      | 10.1216    | 29             |
| 2   | B-1 | N <sub>2</sub>                | 25          | 600           | 0.039 | 0.2511 | 0.3081      | 10.1186    | 41             |
| 3   | C-1 | N <sub>2</sub>                | 40          | 550           | 0.031 | 0.2733 | 0.2993      | 10.1124    | 51             |
| 4   | D-1 | N <sub>2</sub>                | 20          | 450           | 0.028 | 0.2611 | 0.3115      | 10.1272    | 69             |
| 5   | D-2 | N <sub>2</sub>                | 20          | 450           | 0.024 | 0.2701 | 0.2910      | 10.1210    | 67             |
| 6   | D-3 | N <sub>2</sub>                | 25          | 550           | 0.041 | 0.2744 | 0.2915      | 10.1168    | 71             |
| 7   | D-4 | N <sub>2</sub>                | 60          | 700           | 0.068 | 0.2691 | 0.2852      | 10.1465    | 69             |
| 8   | E-1 | N <sub>2</sub>                | 30          | 500           | 0.027 | 0.2633 | 0.2781      | 10.1271    | 93             |
| 9   | E-2 | N <sub>2</sub>                | 常圧          | 850           | 0.098 | 0.2215 | 0.3205      | 10.1300    | 72             |
| 10  | F-1 | N <sub>2</sub>                | 45          | 450           | 0.022 | 0.2911 | 0.2483      | 10.1311    | 81             |
| 11  | G-1 | N <sub>2</sub>                | 20          | 500           | 0.019 | 0.2788 | 0.2720      | 10.1373    | 67             |
| 1   | E-1 | N <sub>2</sub>                | 常圧          | 500           | 0.035 | 0.2705 | 0.3110      | 10.1033    | —              |
| 2   | F-1 | 大気                            | 常圧          | 800           | 0.048 | 0.3635 | 0.3861      | 10.1060    | —              |
| 3   | F-2 | N <sub>2</sub>                | 常圧          | 550           | 0.016 | 0.3637 | 0.3900      | 10.1248    | —              |
| 4   | F-3 | 大気                            | 60          | 350           | 0.010 | 0.2651 | 0.3730      | 10.1158    | —              |
| 5   | A-1 | 大気                            | 常圧          | 350           | 0.008 | 0.3645 | 0.3933      | 10.0981    | —              |
| 6   | A-1 | N <sub>2</sub>                | 2           | 450           | 0.050 | 0.2711 | 0.3188      | 10.1088    | —              |
|     |     |                               |             |               |       |        |             |            | 51             |

【0047】表2に示す測定結果から明らかなように、X Y色度図上のX値0.220~0.295、Y値0.235~0.325、格子定数10.110~10.160の条件を満たす実施例のITO粉末は、いずれも900 nmでは90%以上の赤外線カットオフ率を示す、優れた赤外カットオフ機能を有している。また、これらの実施例のITO粉末の最低カットオフ率は、実施例8を除いて700~900 nmの範囲内にあり、実施例8のITO粉末の最低カットオフ波長は695 nmであった。

【0048】一方、比較例を見ると、比較例1はX Y値は本発明の範囲内であるが、格子定数が小さすぎ、比較

40 例3および4は格子定数は本発明の範囲内であるがX Y値が範囲外であり、比較例2および5は、X Y値と格子定数のいずれも本発明の範囲を外れていた。これらの比較例ではいずれも、1000 nmにおいても赤外線カットオフ率が約50%もしくはそれ以下であり、1000 nm以下の領域における赤外線カットオフ効果が著しく劣っていた。

#### 【0049】

【発明の効果】以上からわかるように、本発明によれば、ITO粉末を、X Y色度図上でX値0.220~0.295、Y値0.235~0.325、格子定数10.110~10.160に制

11

御することによって、従来にはない1000 nm 以下、好ましくは 700~900 nm の範囲内のある波長以上の赤外線を全面的に90%以上カットオフする機能を有する、赤外線カットオフ効果に優れたITO粉末が得られる。

【0050】この粉末を分散させた塗料をハウジングの一般窓、サンルームの屋根材、壁材、さらには自動車のガラス等に塗布すると、ITO粉末の平均一次粒子径が0.2  $\mu$ m以下であれば、着色がほとんどない透明な膜が形成される。この透明膜は、その赤外線カットオフ効果\*

12

\*により夏期の太陽光の赤外線をほぼ完全に反射させ、冷房等の電力の大幅な節減に役立つ。また、冬期は室内の保温効果の改善にも役立つ。また、この透明膜は赤外線の照射により検出することができる、カード等の偽造防止手段としても利用することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】実施例および比較例で得たITO粉末の光透過スペクトルである。

【図1】

